



REC'D 23 APR 2003

WIPO

PCT

**Prioritätsbescheinigung über die Einreichung  
einer Patentanmeldung**

**Aktenzeichen:** 102 15 147.4  
**Anmeldetag:** 05. April 2002  
**Anmelder/Inhaber:** BASF Aktiengesellschaft, Ludwigshafen/DE  
**Bezeichnung:** Verwendung von Polymerisaten, enthaltend  
thermoplastische Polymere als Filterhilfs- und/oder  
Stabilisierungsmittel  
**IPC:** B 01 D, C 12 H, A 23 L

**Die angehefteten Stücke sind eine richtige und genaue Wiedergabe der ur-  
sprünglichen Unterlagen dieser Patentanmeldung.**

München, den 23. Januar 2003  
**Deutsches Patent- und Markenamt**  
**Der Präsident**  
Im Auftrag

Ebert

**PRIORITY DOCUMENT**  
SUBMITTED OR TRANSMITTED IN  
COMPLIANCE WITH  
RULE 17.1(a) OR (b)

**BEST AVAILABLE CC**

## Patentansprüche

## 1. Verwendung von Polymerisaten enthaltend

5

(a) 20 bis 95 Gew.-% mindestens eines thermoplastischen Polymers

10

(b) 80 bis 5 Gew.-% mindestens eines weiteren Stoffes, ausgewählt aus der Gruppe der Silikate, Carbonate, Oxide, Kieselgel, Kieselgur, Diatomeenerde, weiterer Polymere oder Gemischen davon

15

als Filterhilfs- und/oder Stabilisierungsmittel zur Filtration und/oder Stabilisierung einer wässrigen Flüssigkeit, mit der Maßgabe, dass das unter (a) aufgeführte thermoplastische Polymer nicht Polystyrol sein darf.

20

2. Verwendung von Polymerisaten gemäß Anspruch 1, dadurch gekennzeichnet, dass neben der Filtration gleichzeitig eine Stabilisierung der wässrigen Flüssigkeit stattfindet.

25

3. Verwendung von Polymerisaten gemäß Anspruch 1 oder 2, dadurch gekennzeichnet, dass der unter (b) aufgeführte Stoff ausgewählt ist aus der Gruppe der Alkali- oder Erdalkalicarbonate, der Alkali- oder Erdalkalihydrogencarbonate, der Oxide oder Mischoxide der 4. Nebengruppe oder der 3. Hauptgruppe, der Polyamide, der vernetzten Polyvinylactame, der Polyvinylamine oder Gemischen davon.

30

4. Verwendung von Polymerisaten gemäß einem der Ansprüche 1 bis 3, dadurch gekennzeichnet, dass der unter (b) aufgeführte Stoff vernetztes Polyvinylpyrrolidon (PVPP) ist.

35

5. Verwendung von Polymerisaten gemäß einem der Ansprüche 1 bis 4, dadurch gekennzeichnet, dass der unter (b) aufgeführte Stoff ausgewählt ist aus der Gruppe vernetztes Polyvinylpyrrolidon,  $\text{TiO}_2$ ,  $\text{NaHCO}_3$ ,  $\text{KHCO}_3$ ,  $\text{CaCO}_3$ , Kieselgel, Kieselgur, Diatomeenerde, Bentonit oder Gemischen davon.

40

45

2

6. Verfahren zur Filtration und/oder Stabilisierung einer wässrigen Flüssigkeit, dadurch gekennzeichnet, dass man ein Polymerisat als Filterhilfs- bzw. Stabilisierungsmittel enthaltend

5

(a) 20 bis 95 Gew.-% mindestens eines thermoplastischen Polymers

10

(b) 80-5 Gew.-% mindestens eines weiteren Stoffes, ausgewählt aus der Gruppe der Silikate, Carbonate, Oxide, Kieselgel, Kieselgur, Diatomeenerde, weiterer Polymere oder Gemischen davon einsetzt, mit der Maßgabe, dass das unter (a) aufgeführte thermoplastische Polymer nicht Polystyrol sein darf.

15

7. Verfahren gemäß Anspruch 6, dadurch gekennzeichnet, dass neben der Filtration auch eine gleichzeitige Stabilisierung des zu filternden Mediums stattfindet.

20

8. Verfahren gemäß einem der Ansprüche 6 oder 7, dadurch gekennzeichnet, dass bei der Filtration die Technik der Anschwemmfiltration verwendet wird.

25

9. Verfahren gemäß einem der Ansprüche 6 bis 8, dadurch gekennzeichnet, dass es sich bei der wässrigen Flüssigkeit um eine Flüssigkeit ausgewählt aus der Gruppe der Fruchtsaft- oder Gärungsgetränke handelt.

30

10. Verfahren gemäß einem der Ansprüche 6 bis 9, dadurch gekennzeichnet, dass es sich bei der wässrigen Flüssigkeit um Bier handelt.

35

11. Verfahren gemäß einem der Ansprüche 6 bis 10, dadurch gekennzeichnet, dass die eingesetzten Polymerisate eine mittlere Korngröße zwischen 1 und 1000 µm haben.

40

12. Verfahren gemäß einem der Ansprüche 6 bis 11, dadurch gekennzeichnet, dass die Teilchen der eingesetzten Polymerisate nicht sphäroid sind.

45

Verwendung von Polymerisaten, enthaltend thermoplastische Polymere als Filterhilfs- und/oder Stabilisierungsmittel

## 5 Beschreibung

Die vorliegende Erfindung betrifft die Verwendung von Polymerisaten, enthaltend thermoplastische Polymere als Filterhilfs- und/oder Stabilisierungsmittel für die Filtration bzw.

### 10 Stabilisierung von wässrigen Flüssigkeiten.

Die Trennung von fest-flüssigen Stoffgemischen über Filtration ist in vielen industriellen Produktionsprozessen ein wichtiger Verfahrensschritt. Unter dem Begriff Filterhilfsmittel versteht  
15 man eine Reihe von Produkten, die in loser, pulvriger, granulierter oder faseriger Form als Anschwemmmaterial in der Filtration eingesetzt wird.

Filterhilfsmittel kann man vor Beginn der Filtration als Filter-  
20 hilfsschicht (Anschwemmfilter) auf das Filterhilfsmittel aufbringe, um einen lockeren Kuchenaufbau zu erzielen, oder kontinuierlich der zu filternden Trübe zusetzen.

Bekannte Filtrierzusatzstoffe sind beispielsweise Diatomeen,  
25 Naturalprodukte, die aus der Kalzinierung von Diatomit hervorgehen. Die Hauptbestandteile sind amorphe  $\text{SiO}_2$  - Modifikationen, begleitet von Oxiden des Aluminiums, Eisens und anderer Elemente sowie deren silikatische Verbindungen. Perlite sind geglähte, gemahlene selektierte Blähtone vulkanischen Ursprungs (Rhyolite).  
30 Die Struktur ist blättchenförmig und chemisch als ein Natrium-, Kalium-, Aluminium-Silikat zu beschreiben. Bentonite sind Tonmineralien mit einer hohen Quell- und Absorptionsfähigkeit.

Filterhilfsstoffe sollten während der Filtration ein poröses  
35 Milieu bilden, dass die zu beseitigenden Unreinheiten aufnimmt und den Abfluss der flüssigen Phase erleichtert.

Die Zusatzstoffe sollten eine erhöhte Porosität haben und sollten sich auch unter Druckeinfluss nicht verformen. Außerdem sollten  
40 die Stoffe chemisch inert und leicht zurückgewinnbar sein.

Für das Filtrieren von Bier werden gegenwärtig überwiegend Kieselgur-Anschwemm- sowie Schichtenfilter benutzt. Bei der Anschwemmfiltration wird vor Filtrationsbeginn auf einer Stütz-  
45 fläche (Filtergebe) eine Kieselgur-Vorschicht angeschwemmt. Nach Anschwemmen dieser Vorschicht wird dem zu filtrierenden Bier (Unfiltrat) ein Gemisch aus feiner und grober Kieselgur

## 2

zudosiert. Bei der Bierproduktion muss mit einem Kieselgurverbrauch von 150 bis 200 g/hl Bier gerechnet werden. Für die Anschwemmfiltration hat sich Kieselgur besonders wegen seines großen Porenvolumens, seines niedrigen Schüttgewichtes, seiner höheren Saugfähigkeit und seiner großen spezifischen Oberfläche bewährt.

Ein Nachteil bei der Verwendung von Kieselgur ist, dass es nach einer Anzahl von Filterbetriebsstunden durch zurückgehaltenes Feststoffmaterial in seiner Wirksamkeit verbraucht ist und von den Stützflächen der Filter entfernt und ausgetauscht werden muss.

Das Deponieren des verbrauchten Kieselgurs ist aufgrund gesetzlicher Vorschriften nur mit großen Schwierigkeiten und Kostenaufwand möglich. Versuche, das als Filtermaterial unbrauchbare Kieselgur zu regenerieren erwiesen sich als in der Praxis nicht durchführbar. Zusätzlich ist Kieselgur seit einiger Zeit wegen seiner eventuell krebserzeugenden Wirkung in Diskussion.

Auch die Abtrennung von Trübung verursachenden Substanzen wie gelösten Polyphenolen oder Proteinen ist in vielen Getränkeproduktionsprozessen ein wichtiger Verfahrensschritt, weil die Entfernung dieser Stoffe zu einer längeren Haltbarkeit der Getränke führt.

Die Stabilisierung kann durch die Zugabe von Stoffen erfolgen, die die Trübung verursachenden Substanzen binden, fällen oder in sonst geeigneter Weise aus dem Medium entfernen. Zu diesen Stoffen gehören z.B. das Kieselgel, das Proteine bindet bzw. fällen, oder Polyvinylpyrrolidon, das Polyphenole bindet.

Bislang werden Filterhilfsmittel und Stabilisierungsmittel getrennt oder zusammen eingesetzt. Im ersten Fall bedeutet dies jedoch apparativen Aufwand im zweiten Fall ist die gemeinsame Entsorgung problematisch, zudem ist es bei den bisher eingesetzten Stoffen nicht möglich die Adsorption zu regulieren.

EP 351 363 beschreibt hochvernetztes Polyvinylpolypyrrolidone (PVPP) als Stabilisierungs- und Filterhilfsmittel. Bei der Verwendung von Polyvinylpolypyrrolidon allein ist es jedoch schwierig, die Adsorption einzustellen.

In US 4344846 wird eine Methode zur Anschwemmfiltration mit Filterhilfsmitteln auf Basis expandierten Polystyrols beschrieben.

WO 96/35497 beschreibt regenerierbare Filterhilfsmittel für die Filtration eines flüssigen Mediums, insbesondere Bier, die Körnchen synthetischer oder natürlicher Polymere umfassen, die einen Filterkuchen mit einer Porosität zwischen 0,3 und 0,5 bilden.

- 5 Aufgabe der vorliegenden Erfindung war es ein Filterhilfs- bzw. Stabilisierungsmittel bereitzustellen, dass anstelle von Kieselgur bei der Filtration bzw. Stabilisierung von wässrigen Flüssigkeiten, insbesondere in der Bier- und Getränkeherstellung
- 10 verwendet werden kann. Es sollte sowohl als Filterhilfsmittel als auch als Stabilisierungsmittel allein aber auch sowohl als auch für beide Funktionen einsetzbar sein. Es sollte unlöslich und nur wenig quellbar, chemisch inert und oberflächenreich sein, sowie einfach und in akzeptablen Reaktionszeiten herstellbar
- 15 sein. Weiterhin sollte es möglich sein, die Adsorption gezielt einzustellen und es sollte regenerierbar sein.

Diese Aufgabe wurde überraschend durch die Verwendung von Polymerisaten, enthaltend thermoplastische Polymere, gelöst.

- 20 Gegenstand der Erfindung ist die Verwendung von Polymerisaten enthaltend

(a) 20 bis 95 Gew.-% mindestens eines thermoplastischen Polymers

- 25 (b) 80 bis 5 Gew.-% mindestens eines weiteren Stoffes, ausgewählt aus der Gruppe der Silikate, Carbonate, Oxide, Kieselgel, Kieselgur, Diatomeenerde, weiterer Polymere oder Gemischen davon

- 30 als Filterhilfs- und/oder Stabilisierungsmittel zur Filtration und/oder Stabilisierung einer wässrigen Flüssigkeit, mit der Maßgabe, dass das thermoplastische Polymer nicht Polystyrol sein darf.

- 35 Ein weiterer Gegenstand der Erfindung ist ein Verfahren zur Filtration und/oder Stabilisierung einer wässrigen Flüssigkeit, dadurch gekennzeichnet, dass man ein Polymerisat als Filterhilfs- bzw. Stabilisierungsmittel enthaltend

- 40 (a) 20 bis 95 Gew.-% mindestens eines thermoplastischen Polymers

- (b) 80 bis 5 Gew.-% mindestens eines weiteren Stoffes, ausgewählt aus der Gruppe der Silikate, Carbonate, Oxide, Kieselgel, Kieselgur, Diatomeenerde, weiterer Polymere oder Gemischen
- 45 davon einsetzt,

mit der Maßgabe, dass das thermoplastische Polymer nicht Polystyrol sein darf.

Das Verfahren kann dabei so ausgeführt werden, dass nur jeweils  
5 eine Filtration oder eine Stabilisierung des wässrigen Mediums stattfindet, oder aber, dass neben der Filtration eine gleichzeitige Stabilisierung erfolgt. Bevorzugt findet neben der Filtration auch eine Stabilisierung statt.

10 Bei der Filtration wird bevorzugt die Technik der Anschwemmfiltration verwendet.

Überraschenderweise lässt sich durch die erfindungsgemäßen Polymerisate die Adsorption beispielsweise der die Trübung in  
15 Getränken verursachenden Inhaltsstoffe gezielt einstellen.

Werden, z.B. im Falle von Bier die darin enthaltenen Polyphenole komplett entfernt, verliert das Bier dadurch auch seine Geschmacksstoffe.

20 Ein weiterer Vorteil der Verwendung der erfindungsgemäßen Polymerisate ist ihre Regenerierbarkeit.

Unter den unter (a) genannten thermoplastischen Polymeren ver-  
25 steht man amorphe unvernetzte und teilkristalline unvernetzte Polymere. Sie sind schmelzbar und können durch Extrusion, Spritzguss oder im Spinnverfahren verarbeitet werden. In organischen Lösungsmitteln sind sie oft löslich. Sie enthalten sowohl kristalline als auch amorphe Bereiche. Die Makromolekülketten  
30 gehen dabei durch mehrere Bereiche und stellen so den Zusammenhalt des Polymers her (s.a. Handbuch der Technischen Polymerchemie, A. Echte, 1. Aufl., 1993, VCM, Weinheim). Beispielsweise versteht man darunter Polyolefine, Vinylpolymere, Polyamide, Polyester, Polyacetate, Polycarbonate oder auch Polyurethane  
35 und Isomere.

Bevorzugt versteht man unter den teilkristallinen Thermoplasten Polyethylen, Polyoxymethylen oder Polypropylen.

Unter den amorphen Thermoplasten versteht man bevorzugt Poly-  
40 vinylchlorid oder Polymethacrylat.

Die thermoplastischen Polymere (a) werden im Rahmen der Erfindung in Mengen von 20 bis 95 Gew.-%, bevorzugt 40 bis 90 Gew.-%, insbesondere bevorzugt 60 bis 90 Gew.-%, bezogen auf die Gesamtmenge  
45 des Filterhilfsstoffes, eingesetzt.

## 5

Unter den Carbonaten unter (b) versteht man Alkali- oder Erdalkalicarbonate, Alkali- oder Erdalkalihydrogencarbonate, bevorzugt Kalziumcarbonat, Natriumhydrogencarbonat oder Kaliumhydrogencarbonat. Unter den Oxiden versteht man Oxide oder Mischoxide der 4. Nebengruppe oder der 3. Hauptgruppe, bevorzugt Titanoxid oder Aluminiumoxid.

Unter den Silikaten versteht man sonstige nicht ausdrücklich vorher genannte natürliche und künstliche Silikate; dazu gehören auch Mischsilikate wie Alumosilikate oder auch Zeolithe.

Als weitere Polymere unter (b) werden bevorzugt Polyamid oder vernetztes Polyvinylactam und/oder Polyvinylamin eingesetzt. Als Polyvinylactam und/oder Polyvinylamin sind bevorzugt: Pyrrolidon, Polyvinylpiperidon, Polyvinylcaprolactam, Polyvinylimidazol, Polyvinyl-2-Methylimidazol, Polyvinyl-4-Methylimidazol, Polyvinylformamid. Besonders bevorzugt wird hochvernetztes Polyvinylpolypyrrolidon, beispielsweise das unter dem Markennamen erhältliche Divergan® F eingesetzt.

Dieses wird üblicherweise durch die sogenannte Popcornpolymerisation erhalten. Dabei handelt es sich um eine Polymerisationsmethode, bei der die wachsenden Polymerketten miteinander vernetzen. Dies kann in An- oder Abwesenheit eines Vernetzers geschehen.

Vernetzer sind Verbindungen, die mindestens zwei ethylenisch ungesättigte nichtkonjugierte Doppelbindungen im Molekül erhalten. Bevorzugte Vernetzer sind Divinylbenzol, N,N'-Divinylethylenharnstoff, N,N'-Divinylpropylharnstoff, Alkylenbisacrylamide, Alkylenglycoldi(meth)acrylate.

Das Endprodukt der "Popcorn"-Polymerisation ist ein schaumiges, krustiges, körniges Polymerisat mit Blumenkohl-artiger Struktur. Aufgrund ihrer meist starken Vernetzung sind Popcornpolymerisate in der Regel unlöslich und kaum quellbar.

Die unter (b) genannten Zuschlagsstoffe können sowohl allein als auch in Gemischen in dem Filterhilfsstoff enthalten sein. Als Zuschlagsstoffe allein werden bevorzugt vernetztes Polyvinylpyrrolidon,  $\text{TiO}_2$ ,  $\text{KHCO}_3$ ,  $\text{NaHCO}_3$ ,  $\text{CaCO}_3$ , Kieselgel, Kieselgur, Diatomeenerde oder Bentonit eingesetzt. Bevorzugt werden Gemische von vernetztem Polyvinylpolypyrrolidon (PVPP) mit  $\text{TiO}_2$ ,  $\text{NaHCO}_3$ ,  $\text{KHCO}_3$ ,  $\text{CaCO}_3$ , Kieselgel, Kieselgur, Diatomeenerde oder Bentonit oder Gemische von  $\text{NaHCO}_3$  oder  $\text{KHCO}_3$  mit  $\text{CaCO}_3$ ,  $\text{TiO}_2$ , Kieselgel, Kieselgur, Diatomeenerde oder Bentonit oder aber Gemische von  $\text{TiO}_2$  mit  $\text{NaHCO}_3$ ,  $\text{KHCO}_3$ ,  $\text{CaCO}_3$ , Kieselgel, Kieselgur, Diatomeenerde oder



Bentonit eingesetzt. Insbesondere bevorzugt wird vernetztes Polyvinylpyrrolidon eingesetzt.

Die eingesetzten Thermoplaste können nach an sich bekannten Verfahren hergestellt werden. Solche Verfahren sind beispielsweise in A. Echte; *Handbuch der Technischen Polymerchemie*; VCH, Weinheim, 1993 beschrieben.

Zur Herstellung der Polymerpulver werden die thermoplastischen Polymere und wenigstens ein weiterer Stoff in einem Extruder compoundiert.

Unter Compoundieren versteht man allgemein das Mischen eines Polymers mit wenigstens einem Zusatzstoff (Der Doppelschneckenextruder : Grundlagen- und Anwendungsgebiete, Herausg.: VDI-Gesellschaft Kunststofftechnik.-Düsseldorf : VDI-Verlag, 1995, Kapitel 7 und Aufbereiten von Polymeren mit neuartigen Eigenschaften, Herausg.: VDI-Gesellschaft Kunststofftechnik.-Düsseldorf : VDI-Verlag, 1995, S. 135ff.). Das Aufbereiten von Polymeren durch Füllen und Verstärken wird z.B. bei den Polyolefinen und Polystyrol zur gezielten Verbesserung der Eigenschaften und Senken der Herstellkosten durchgeführt. Die Füllstoffe lassen sich gemäß ihrer Partikelgeometrie nach dem sog. Aspect Ratio unterscheiden. Bei einem Wert kleiner als zehn ist der Stoff ein reiner Füllstoff (Extender), erst bei höheren Werten wird üblicherweise eine Verstärkungswirkung erreicht. Dieser Effekt kann durch ausgeprägte Haftkräfte zwischen Zusatzstoff und Polymer verstärkt werden. Häufig eingesetzte Füllstoffe sind Calciumcarbonat (Kreide) und Talkum. Aufgrund der Lebensmittelzulassung hat mit Calciumcarbonat gefülltes Polypropylen auch für Lebensmittelverpackungen (Spritzguss, Tiefziehen) breite Anwendung gefunden. Weiterhin beschrieben ist das Füllen von Polypropylen mit Holzmehl für Platten, die im Automobilbau eingesetzt werden. Weiterhin üblich sind Glas (z.B. in Kugelform), Asbest, Silikate (z.B. Wollastonit), Glimmer, Spate und Graphit. Ein üblicher Anteil an Füllstoff beträgt 20-80 Masse-%, kann aber auch bis zu 95% betragen. Durch das Verstärken von thermoplastischen Kunststoffen mit Faserstoffen werden die mechanischen Eigenschaften, besonders die Steifigkeit und Härte des Kunststoffs erhöht. Üblicherweise werden als Faserstoffe Glasfasern, Kohlenstofffasern, Stahlfasern und Aramidfasern verwendet. Durch das Mischen wenigstens zweier Kunststoffe, dem Legieren, erhält man Polymere mit einem anderen Eigenschaftsprofil. Die Gemische können homogen, heterogen oder teilweise bzw. begrenzt verträglich sein.

In allen Fällen ist die Verwendung von Extrudern, insbesondere Zweischneckenextrudern bevorzugt. Daneben treten aber auch sog. Ko-Knetter auf.

5 Üblicherweise treten bei der Extrusion Temperaturen und Drücke auf, die neben der rein physikalischen Mischung eine chemische Umsetzung, d.h. eine chemische Veränderung der Einsatzkomponenten, ermöglichen können.

10 Umsetzung im Sinne der Erfindung beschreibt einen Prozess, bei dem wenigstens zwei Stoffe physikalisch und/oder chemisch miteinander umgesetzt werden.

Die Umsetzung kann auch durch übliche Verfahren zur thermo-  
15 plastischen Verarbeitung, insbesondere Mischen, Dispergieren, Füllen, Verstärken, Legieren, Entgasen stattfinden und die reaktive Aufbereitung, durch Walzen, Kneten, Gießen, Sintern, Pressen, Compoundierung, Kalandrierung, Strangpressen oder Extrusion oder Kombination dieser Methoden. Bevorzugt werden  
20 die Polymerpulver aber in einem Extruder compoundiert.

Unter dem Begriff der Filtration versteht man das Durchströmen eines porösen Filtermittels durch eine Suspension (Trübe), bestehend aus einer diskontinuierlichen Phase (dispergierte  
25 Stoffe) und einer kontinuierlichen Phase (Dispersionsmittel). Dabei werden Feststoffteilchen auf dem Filtermittel abgelagert und die filtrierte Flüssigkeit (Filtrat) verlässt das Filtermittel klar. Als äußere Kraft zur Überwindung des Strömungswiderstandes wirkt hierbei eine angelegte Druckdifferenz.

30 Man kann beim Filtrationsvorgang grundsätzlich verschieden Mechanismen der Feststoffabscheidung beobachten. Hauptsächlich handelt es sich hierbei um eine Oberflächen- oder Kuchenfiltration, Schichtenfiltration sowie Siebfiltration. Häufig  
35 hat man es mit einer Kombination aus wenigstens zwei Vorgängen zu tun.

Im Falle der Oberflächen- oder Kuchenfiltration kommen sogenannte Anschwemmfilter in verschiedenen Ausführungen für die Getränke-  
40 filtration zur Anwendung (Kunze, Wolfgang, Technologie Brauer und Mälzer, 7. Auflage, 1994, S. 372). Allen Anschwemmsystemen gemeinsam, werden die in der zu filtrierenden Flüssigkeit enthaltenen Feststoffe und auch die absichtlich zudosierten Feststoffe (Filterhilfsmittel) durch ein Filtermedium zurückgehalten,  
45 wobei sich ein Filterkuchen aufbaut. Dieser ist im Verlauf der

Filtration ebenso wie das Filtermittel zu durchströmen. Eine solche Filtration wird auch als Anschwemmfiltration bezeichnet.

- Unter den erfindungsgemäß zu filternden und/oder zu stabilisierenden Flüssigkeiten versteht man Fruchtsäfte oder Gärungsgetränke, wie Wein oder Bier. Insbesondere wird das erfindungsgemäße Verfahren zur Filtration und/oder Stabilisierung von Bier verwendet.
- 10 Die erfindungsgemäß bereitgestellten Filterhilfs- bzw. Stabilisierungsmittel zeichnen sich durch gute Benetzbarkeit mit Wasser und konstanter Durchflussrate bei gleichzeitig guter Filtrierwirkung aus.
- 15 Die Filterhilfsmittel werden nach dem Mischprozess durch Techniken der Granulierung des Schrotens und/oder Mahlens, bevorzugt durch eine Aufeinanderfolge von Granulierung und Mahlen zerkleinert. Bei der Temperaturführung eines Kaltmahlprozesses kann Wasser im Endprodukt verbleiben.
- 20 Die erhaltenen Pulver weisen eine mittlere Korngröße zwischen 1 und 1000  $\mu\text{m}$ , bevorzugt zwischen 2 und 200  $\mu\text{m}$  auf. Sie besitzen entweder eine regelmäßige oder unregelmäßige Struktur, die sphäroid oder nichtsphäroid sein kann. Bevorzugt sind die
- 25 erhaltenen Pulver jedoch nichtsphäroid.

Die folgenden Beispiele sollen die Erfindung näher erläutern, ohne sie jedoch darauf einzuschränken.

### 30 A) Herstellung von Polymerpulvern

- Ein thermoplastisches Polymer und wenigstens ein weiterer Stoff (Gesamtmenge ca. 10 kg) werden in einem Extruder compoundingiert. Das Extrudat wird im Wasserbad abgekühlt und granuliert.
- 35 erhaltene Granulat wird in einer Pralltellermühle zerkleinert und mit einem Vibrationstaumelsieb abgesiebt.

- Die Gewichtsverhältnisse, in denen das thermoplastische Polymer und entsprechende Zusatzstoffe (Stoff 1, evtl. auch Stoff 2)
- 40 compoundingiert worden sind, gibt die folgende Tabelle an. Hinter dem Gewichtsverhältnis ist in Klammern die Probenkennung angegeben.

#	Thermoplastisches Polymer	Stoff 1	Stoff 2	Verhältnis Thermoplastisches Polymer : Stoff 1 (evtl. :Stoff2)
5	1 Polypropylen	Kieselgur	-	20:80 (1a); 50:50 (1b); 80:20 (1c); 90:10 (1d)
	2 Polypropylen	CaCO <sub>3</sub>	-	60:40 (2a); 80:20 (2b)
	3 Polypropylen	TiO <sub>2</sub>	-	60:40 (3a); 80:20 (3b)
	4 Polypropylen	PVPP	-	60:40 (4a); 80:20 (4b)
	5 Polypropylen	Kieselgel	-	80:20 (5a)
10	6 Polypropylen	Bentonit	-	80:20 (6a)
	7 Polypropylen	PVPP	Kieselgel	70:25:5 (7a); 70:28:2 (7b)
	8 Polyethylen	Kieselgur	-	50:50 (8a); 80:20 (8b); 90:10 (8c)
	9 Polyethylen	CaCO <sub>3</sub>	-	60:40 (9a); 80:20 (9b)
15	10 Polyethylen	TiO <sub>2</sub>	-	60:40 (10a); 80:20 (10b)
	11 Polyethylen	PVPP	-	60:40 (11a); 80:20 (11b)
	12 Polyethylen	Kieselgel	-	80:20 (12a)
	13 Polyethylen	Bentonit	-	80:20 (13a)
20	14 Polyethylen	PVPP	Kieselgel	70:25:5 (14a); 70:28:2 (14b)
	15 Polyamid	Kieselgur	-	20:80 (15a); 50:50 (15b); 80:20 (15c); 90:10 (15d)
	16 Polyamid	CaCO <sub>3</sub>	-	60:40 (16a); 80:20 (16b)
	17 Polyamid	TiO <sub>2</sub>	-	60:40 (17a); 80:20 (17b)

25

Es bedeuten dabei:

Polypropylen: Novolen, BASF

Polyethylen: Lupolen®, BASF

Polyamid: Ultramid®, BASF

30 Kieselgur: Kieselgur, Merck, CAS-Nr. 68855-54-9;

CaCO<sub>3</sub>: Calciumcarbonat (gefällt, reinst), Merck, CAS-Nr. 471-34-1;TiO<sub>2</sub>: Titandioxid (<325mesh, 99 %), Aldrich, CAS-Nr. 1317-70-0;

PVPP: Divergan F, BASF, CAS-Nr. 9003-39-8;

NaHCO<sub>3</sub>: Natriumhydrogencarbonat (reinst), Merck, CAS-Nr. 144-55-8;

35 Kieselgel: Kieselgel, Merck, CAS-Nr. 63231-67-4;

Bentonit: Bentonit, Aldrich.

## B) Anwendungstests

## 40 Filtration einer Standardtrübungslösung

Die Filtrationswirkung wird anhand der Klärung einer Standardtrübungslösung, d.i. eine Formazinlösung mit definierter Trübung, die dem Fachmann zur Charakterisierung von Filterhilfsmitteln für die Getränkeindustrie bekannt ist, in der Anschwemmfiltration

45 beurteilt.

## 10

Die Kriterien für ein gutes Testergebnis sind Konstanthalten der Durchflussrate und des Anschwemmdrucks und die Filtrationswirkung, d.i. Klarheit des Filtrats:

- 5 Der Anschwemmdruck vor und nach dem Filter hat bei gutem Durchfluss den gleichen Wert, d.h. Verstopfen des Filters ist nicht gegeben. Die Trübung wird nach einem Standardtest gemäß EBC bestimmt. Eine Flüssigkeit wird als klar beurteilt, wenn die Trübungswerte gemäß EBC  $< 1$  sind.

- 10 Im folgenden werden Untersuchungen mit den in Abschnitt A beschriebenen Polymerproben beschrieben. Dabei wird bevorzugt die Mahlfraction mit einer Teilchengröße kleiner als  $100 \mu\text{m}$  eingesetzt.

- 15 Die im folgenden gezeigte Tabelle zeigt die Werte nach einem Durchflussvolumen von 5 l, 10 l und 15 l für ausgesuchte Proben.

## Filtrationswirkung und Durchfluss

20	Probe	1c	11b
	EBC-Trübung <sup>1)</sup> 2) nach einem Durchflussvolumen von		
	5 l	2,51	1,78
	10 l	1,41	1,25
	15 l	0,92	0,76
25	Durchflussrate <sup>3)</sup> ( $\text{l h}^{-1}$ )	40 <sup>4)</sup>	40 <sup>4)</sup>
	Anschwemmdruck <sup>5)</sup> (bar) (vor / nach Filterkörper)	1,5 <sup>4)</sup> / 1,5 <sup>4)</sup>	1,5 <sup>4)</sup> / 1,5 <sup>4)</sup>

- 30 1) EBC: European Brewery Convention.  
 2) Der Nullwert, d.i. der Wert der Standardtrübungslösung beträgt 20 EBC.  
 3) Die Durchflussrate ohne Filterhilfsmittel beträgt  $40 \text{ l h}^{-1}$ .  
 4) Der Messwert bleibt während der gesamten Dauer der Filtration konstant.  
 35 5) Der Anschwemmdruck der reinen Flüssigkeit, d.h. ohne Filterhilfsmittel beträgt 1,5 bar.

Verwendung von Polymerisaten, enthaltend thermoplastische Polymere als Filterhilfs- und/oder Stabilisierungsmittel

## 5 Zusammenfassung

Die vorliegende Erfindung betrifft die Verwendung von Polymerisaten, enthaltend thermoplastische Polymere als Filterhilfs- und/oder Stabilisierungsmittel für die Filtration bzw.

10 Stabilisierung von wässrigen Flüssigkeiten.

15

20

25

30

35

40

45

**This Page is Inserted by IFW Indexing and Scanning  
Operations and is not part of the Official Record**

**BEST AVAILABLE IMAGES**

Defective images within this document are accurate representations of the original documents submitted by the applicant.

Defects in the images include but are not limited to the items checked:

- ☐ **BLACK BORDERS**
- ☐ **IMAGE CUT OFF AT TOP, BOTTOM OR SIDES**
- ☐ **FADED TEXT OR DRAWING**
- ☐ **BLURRED OR ILLEGIBLE TEXT OR DRAWING**
- ☐ **SKEWED/SLANTED IMAGES**
- ☐ **COLOR OR BLACK AND WHITE PHOTOGRAPHS**
- ☐ **GRAY SCALE DOCUMENTS**
- ☐ **LINES OR MARKS ON ORIGINAL DOCUMENT**
- ☐ **REFERENCE(S) OR EXHIBIT(S) SUBMITTED ARE POOR QUALITY**
- ☐ **OTHER:** \_\_\_\_\_

**IMAGES ARE BEST AVAILABLE COPY.**

**As rescanning these documents will not correct the image problems checked, please do not report these problems to the IFW Image Problem Mailbox.**